

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-6449

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)1月13日

G 11 B 7/26  
C 09 J 5/028421-5D  
6770-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光情報記録媒体の作製方法

⑯ 特 願 昭60-144542

⑰ 出 願 昭60(1985)7月3日

⑱ 発 明 者	山 室	哲	東京都大田区中馬込1丁目3番6号	株式会社リコー内
⑱ 発 明 者	上 田	裕	東京都大田区中馬込1丁目3番6号	株式会社リコー内
⑱ 発 明 者	佐 藤	勉	東京都大田区中馬込1丁目3番6号	株式会社リコー内
⑱ 発 明 者	梅 原	正 彬	東京都大田区中馬込1丁目3番6号	株式会社リコー内
⑲ 出 願 人	株 式 会 社 リ コ ー		東京都大田区中馬込1丁目3番6号	
⑳ 代 理 人	弁 理 士 高 木 千 嘉		外 2 名	

## 明 細 書

1. 発明の名称 光情報記録媒体の作製方法

2. 特許請求の範囲

2枚のディスク状基板のうち少くとも1枚の片面に記録層を有する1対の基板を同心的に配置された内周スペーサおよび外周スペーサを介して該記録層が内側になるように接着剤を用いて貼り合わせた封止構造を有する光情報記録媒体を作製するにあたり、まずスペーサの被接着面を粗面化し、ついで高分子化合物に対する良溶剤を用いて超音波洗浄処理して表面処理を施した後ウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂を含有する接着剤を用いて貼り合わせることを特徴とする、光情報記録媒体の作製方法。

3. 発明の詳細な説明

〔技術分野〕

本発明はディスク状基板の表面に記録層を設けて光学的に情報の記録再生を行う封止型のディス

ク状情報記録媒体の作製方法、特に、該媒体の封止構造をえるために基板とスペーサとを貼り合わせる接着方法に特徴を有する該媒体の作製方法に関する。

〔従来技術〕

従来、2枚のディスク状基板をスペーサを用いて封止して光情報記録媒体を作製する際に、基板とスペーサとを貼り合わせる方法として、エポキシ系接着剤を用いる接着手段が採用されてきた。エポキシ系接着剤はディスクの記録材料の反射率を低下させたりS/N比を低下させたりする等の悪影響がない点ではすぐれた接着剤といえる。しかしながら該エポキシ系接着剤は加熱硬化性なので、加熱するとき基板が変形することがあるし、また硬化に長時間を要し、その間部材を固定する治具を必要とするので生産性が悪い。さらには、それほど強い接着力が得られないなど欠点がある。そこでこれらの欠点を回避するために新たに封止用接着剤として紫外線硬化型樹脂が使われ出している。紫外線硬化型樹脂はエポキシ系接着剤

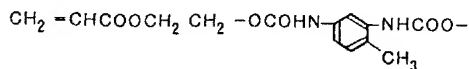
が有する上記欠点をもっていないが、今度はディスクの記録部材の反射率を低下させたり、S/N比を低下させるなどの問題点や、高温・多湿の環境下に置くと接着力が著しく減退するなど接着力の耐久性に乏しいなどの問題点を生じることとなった。

#### 〔目的〕

本発明は従来技術に見られる上記問題点を解決するものであって、その目的は、封止部の接着力にすぐれており、封止用接着剤によって記録材料が悪影響を受けることがなく、高温・多湿の環境下でも接着力が低下せず、硬化時に部材固定用治具の長時間使用を必要とせず、かつ封止による基板の変形を避けることの可能な、封止構造を有する光情報記録媒体の作製方法を提供することである。

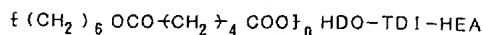
#### 〔構成〕

上記目的は、接着剤として紫外線硬化型樹脂のなかでも特にウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂を含有するものを使用することによって達



2-ヒドロキシエチル  
アクリレート (HEA)

トリレンジイソシア  
ネート (TDI)



1,6-ヘキサン  
ジオール (HDO)

アジピン酸  
(ADA)

本発明で用いられるウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂としては、たとえばビスコート # 812、ビスコート # 813、ビスコート # 823、ビスコート # 845、ビスコート # 851、ビスコート # 855 (以上商品名、大阪有機化学工業製)、またアロニックス M-1100 (東亜合成化学工業製) などがある。ウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂を含む混合系の接着剤としては、上述のウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂を単独または複数混合したものを用いるか、または上述のウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂に、たとえば、9-エチレングリコールジアクリレート

成された。さらに詳細には、上記目的は、2枚のディスク状基板のうち少くとも1枚の片面に記録層を有する1対の基板を同心的に配置された内周スペースおよび外周スペースを介して該記録層が内側になるように接着剤を用いて貼り合わせた封止構造を有する光情報記録媒体を作製するにあたり、スペースの被接着面に特定の表面処理を施すことと接着剤としてウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂を含有するものを用いることとの組合わせによって達成された。前記したウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂は一般にはトリレンジイソシアネート (TDI) のようなイソシアネート基 (—NCO) をもつものに、ヒドロキシ基 (—OH) をもつアクリレート (たとえば HEA) を反応させてつくる。この場合、分子の中央部はポリエステル構造をもち、両端にイソシアネート基を配置しアクリル化することが多い。たとえば、ウレタンアクリレートの構造例として下記のもの挙げられる。

などの二官能アクリレート系の紫外線硬化型樹脂、あるいは SA-1002 (三菱油化ファイン製)、フジハード EXP 1878H (藤倉化成製) などを1種または複数種混合したものを用いる。また、本発明においては上記樹脂を単独で (開始剤を使用しないで) 用いることもできるが、光重合開始剤と一緒に用いる方が好ましい。光重合開始剤としては従来既知のものを用いることができ、たとえば、カルボニル化合物、有機イオウ化合物、過酸化物、レドックス系化合物、アゾおよびジアゾ化合物、ハロゲン化合物などが挙げられる。これらの光重合開始剤は樹脂 100重量部に対して 0.1~20重量部の範囲で用いられるが、好適範囲は 1~10重量部である。

本発明においては上記したような特定の接着剤を用いることと併せて、被接着面に特定の表面処理を施す点にも特徴を有している。この特定の表面処理とは二工程からなるものであって、詳しくは、被接着面を粗面化する工程、およびその後高分子化合物に対する良溶剤を用いて超音波洗浄処

理する工程から成っている。被接着面の粗面化の具体的手段としてはサンドペーパーがけや、バイトまたは刃物のいずれかで削るなどの方法、あるいは熱的に線状、網目状の凹凸を形成する方法などが挙げられる。また、超音波洗浄処理で用いる高分子化合物に対する良溶剤としては、たとえばテトラヒドロフラン、ジオキサンなどの環状エーテル、ジメチルホルムアミドまたはシクロヘキサノンなどが挙げられる。このような特定の表面処理によって、接着部分の接着力は大幅に増大し、また高温・多湿の苛酷な環境下においての接着力の耐久性が著しく増大する。次に、本発明の封入型情報記録媒体の構成を第1図について説明する。ディスク状基板1、1はたとえば透明プラスチック板から形成され、その中心部に嵌合孔2を有し、これら基板1、1の少くとも一方の片面には記録層3が形成されている。これら基板1、1を同心的に配置した内側スペーサ4および外側スペーサ5を介して上記記録層3を内側に配置し且つ各々の基板1、1間には空間6が形成されるようにス

ペーサを介し接着剤7を用いて貼り合わせることで情報記録媒体8を構成するようになっている。上記記録層3としては記録媒体の記録材料として知られているものならすべて使用でき特定のものに制限されず、その代表例にはTe、Asなどの金属薄膜、メチン系色素などの有機色素薄膜などがある。上記構成例の他に、図示していないが記録層3を基板1、1の両方の片面に形成させることもできる。

スペーサ材料として用いられるプラスチックとしては例えば酢酸セルロース、酢酸酪酸セルロース、硝酸セルロース、メチルスチレン、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリメチルメタクリレート、プロピオン酸セルロース、エチルセルロース、エポキシ、ポリエステル、フェノール樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、シアリルフタレート樹脂、ナイロン、ポリウレタン、ポリエチレン、ポリプロピレン、橋かけポリエチレン、塩素化ポリエーテル、ポリアセタール、ポリトリフルオルモノクロルエチレン、ポリテトラフ

ルオルエチレンなどがあげられる。

#### 〔実施例〕

次に実施例をあげて本発明を説明する。まず、本発明で特定の表面処理を採用したことによって接着力および接着力の耐久性が従来既知の表面処理法に比べて著しく増大したことを以下の比較例をあげて説明する。

#### 比較例

長さ50mm、幅20mm、厚さ1mmのポリメチルメタクリレートの試験片100枚を用意し、すべての試験片の短手の部分を端から5mm～15mmのところにサンドペーパーがけし、次にそのうち50枚の試験片についてはテトラヒドロフラン溶剤を用い超音波洗浄を約40秒間施し、また残りの50枚の試験片についてはメタノール溶媒で拭き、それからそれぞれについて半導体工業用のイソプロピルアルコールで超音波洗浄してフロンガス乾燥した。これらの試験片の表面処理した部分の端から4mmまでの面に第2図に示すように、下記の組成からなる接着剤を塗って一対ずつ貼り合わせてサン

プルを作製した。

接着剤組成(単位は重量%)

#### 紫外線硬化型樹脂

ビスコート<sup>※</sup>823(大阪有機化学工業製)80%

テトラヒドロフルフリールアクリレート20%

#### 光開始剤

2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノン 樹脂総量に対し2%

これら貼り合わせて得られたサンプルの各々に、紫外線光源として高圧水銀灯(ウシオ電機製UVL-2000-OS)を用い、照射距離10mm、照射時間60秒の条件下に紫外線照射して硬化させた。このようにして得られた50ヶの最終サンプルを用いて以下のような強度試験を行った。接着力の強度試験は第3図に示すようなMILの接着部の曲げ試験方法(MIL-A-5090B)によって行った。MILの試験方法における接着部にかかる応力は第3図(b)における $\sigma_0$ で表わされ、これは突合せ接着部あるいは割裂試験における引張応力に相当するものである。上記50ヶのサンプルは超音波洗浄においてテトラヒドロフラン溶剤を用

いたもの(A系サンプル)25ヶとメタノール溶媒で拭いたもの(B系サンプル)25ヶとに分けられ、各系列について5ヶのサンプルと一組とし5組ずつのサンプル群を得た。まず、A系サンプルおよびB系サンプルの各々1組(5ヶ)について接着強度試験を行ったところ、いずれの組のサンプルについても接着強度は極めて大きく、接着部ははがれることなく、試験片の方が折れてしまった。次に、A、B系それぞれ残りの4組ずつを、温度60℃、湿度90%の環境下に置き、接着強度の経時変化を3日後、7日後、20日後、31日後と追いかけた。その結果、B系サンプルは早くも3日経過後にハガレを生じたのに対し、A系サンプルは31日経過後でも依然強力な接着強度を保持し、接着強度試験において接着部ははがれることなく、その前に試験片がすべて折れてしまった。この比較例で用いたような表面処理法を前記スパーサの表面処理に適用し、上記のウレタンアクリレート系を含む紫外線硬化型樹脂を接着剤として光情報媒体の2枚のディスク基板において封止を行ったと

### ベンゾインイソブチルエーテル 3 "

をNiのスタンプに滴下した後、先に得られた板を重ねて押しあて高圧水銀灯2kWの紫外線を20cmの距離から30秒間照射した。剥離することによってスタンプの型がアクリル板にきれいに転写された。上記の2枚のアクリル板のそれぞれのスタンプの型が転写された側にシアニン色素NK125(日本感光色素製)0.7重量%の2,2'-ジクロルエタン溶液を調製し、これに色素に対し重量比15%でPA-1006(三井東圧ファイン製)を添加した溶液を塗布乾燥させて、厚さ600Åの記録層を形成させた後、以下の表面処理すなわち粒度220のサンドペーパーをかけ、次にテトラヒドロフラン溶剤を用いた超音波洗浄を約40秒間行い、それから半導体用イソプロピルアルコールで超音波洗浄してフロン乾燥するという表面処理を施した厚さ1mmのポリメチルメタクリレート製内周および外周スパーサを介して第1図におけるように接着剤によって貼り合わせ封止した。接着剤としてはビスコート<sup>®</sup>823(大阪有機化学工業製)70部、

ころ、封止接着剤の接着力が大幅に増大したにとどまらず、その光情報媒体を温度60℃、湿度90%という苛酷な高温・多湿な環境下においても約1ヶ月以上も封止接着剤の接着力を保持し、いわゆる接着力の耐久性を大幅に増大することができた。

### 実施例 1

ジペンタエリスリトール	
ヘキサアクリレート	30重量部
2,2-ビス(4-アクリロキシジエトキシフェニル)プロパン	10 "
テトラヒドロフルフリルアクリレート	10 "
ベンゾインイソブチルエーテル	2 "
イソプロピルアルコール	50 "
トルエン	10 "

以上の混合物を攪拌混合し、直径200mmおよび厚さ1.2mmのポリメチルメタクリレート円板2枚にディッピング塗布し、15分間乾燥した後高圧水銀灯2kWの紫外線を20cmの距離から15秒間照射した。また、別に

2,2-ビス(4-アクリロキシジエトキシフェニル)プロパン	100重量部
-------------------------------	--------

9-エチレングリコールジアクリレート30部の混合系からなる紫外線硬化型樹脂を用い、光重合開始剤としては、2,2-ジメトキシ-2-フェニルアセトフェノンを上記樹脂総量に対して2重量%の量で用いた。紫外線光源としては高圧水銀灯(ウシオ電機製UVL-2000-OS)を用い、照射距離10mm、照射時間60秒の照射条件で硬化させた。こうして作製した封止用ディスクをエポキシ系接着剤(チッソ製リクソンボンド1004A/B)を用いて封止したサンプルと比較すると、反射率、S/N比ともに両者にほとんど差は認められなかった。かつ、接着力においては、エポキシ系接着剤を用いたものに比べて約2倍以上に増大し、また上記のスパーサの表面処理におけるテトラヒドロフランの代わりにメタノール溶媒を用い、「メタノールで拭きサンドペーパーをかけた後きれいな布で拭き、さらにメタノールで拭く」という表面処理を施した場合と比較すると、接着力の初期強度はほとんど同じであったが温度60℃、湿度90%という高温・多湿の環境下においては、「サンド

ペーパーがけし、メタノール溶媒で拭く」の表面処理を施したものが早くも3日ではがれを生じたのに対し、本発明による「サンドペーパーがけし、テトラヒドロフラン超音波洗浄する」表面処理を施したものは、1ヶ月経過しても依然強力な接着強度を保持し大きい接着力の耐久性を示した。

#### 実施例 2

上記実施例において、接着剤としてビスコート # 823(大阪有機化学工業製) 70部、9-エチレングリコールジアクリレート20部、SA-1002(三菱油化ファイン製) 10部の混合系からなる紫外線硬化型樹脂を用い、色素としてはNK 2883(日本感光色素製)を用い、そしてスパーサの表面処理においてはテトラヒドロフラン溶剤の代わりにジオキサン溶剤を用い、他はすべて同様に行った。こうして作製した封止用ディスクをエポキシ系接着剤(チッソ製リクソンボンド1004A/B)を用いて封止したサンプルと比較すると反射率、S/N比ともに両者にほとんど差は認められなかった。かつ接着力においてはエポキシ系接着剤の約2倍

以上に増大し、また上記のスパーサの表面処理におけるテトラヒドロフランの代わりにメタノール溶媒を用い「メタノールで拭き、サンドペーパーをかけた後きれいな布で拭き、さらにメタノールで拭く」という表面処理を施した場合と比較すると、接着力の初期強度はほとんど同じであったが、温度60℃、湿度90%という高温・多湿の環境下においては「サンドペーパーがけし、メタノール溶媒で拭く」表面処理を施したものが早くも4日ではがれを生じたのに対し、本発明による「サンドペーパーがけし、テトラヒドロフラン超音波洗浄する」表面処理を施したものは、1ヶ月経過しても依然強力な接着強度を保持し、大きな接着力の耐久性を示した。

#### [効果]

本発明によれば以下のような効果が奏せられる。

- 1) 封止用接着剤による記録材料への影響を著しく減少させることができる。
- 2) 接着力を著しく高めることができる。
- 3) 高温・多湿の環境下における接着力の耐久

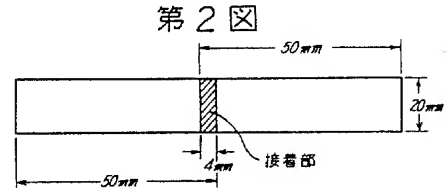
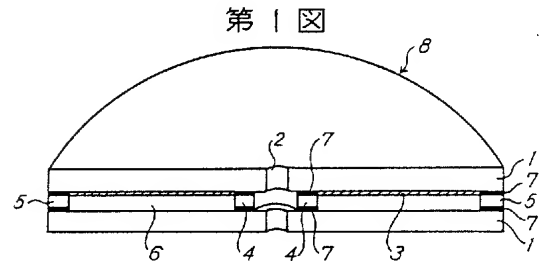
性を大幅に増大させることができる。

- 4) 封止用接着剤の硬化時、部材固定治具の長時間使用する必要性が回避される。
- 5) 封止時の基板変形を回避できる。

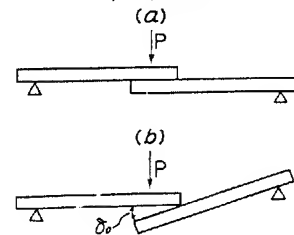
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明による情報記録媒体の構造の1例を示す断面図である。第2図は比較例で使用されたサンプルの構造を示す図であり、第3図はサンプルの接着強度を測定するために採用された曲げ試験法を示す図である。

- |          |          |
|----------|----------|
| 1…基板     | 2…嵌合孔    |
| 3…記録層    | 4…内周スパーサ |
| 5…外周スパーサ | 6…空間     |
| 7…接着剤    | 8…情報記録媒体 |



第3図



特許出願人 株式会社 リコー

代理人 弁理士 高木 千

外 2 名

## 手 続 補 正 書

昭和60年 9月19日

特許庁長官 宇 賀 道 郎 殿

## 1. 事件の表示

昭和60年特許願第144542号

## 2. 発明の名称

光情報記録媒体の作製方法

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都大田区中馬込1丁目3番6号

名称 (674) 株 式 会 社 リ コ ー

## 4. 代 理 人

住所 東京都千代田区麹町3丁目2番地(相互第一ビル)

電話 (261) 2022

氏名 (9173) 高 木 千 嘉

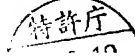


(外2名)

## 5. 補正命令の日付 (自発)

## 6. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄



と補正します。

## 7. 補正の内容

- 1) 第5頁末行の「9-エチレングリコール」を「ポリエチレングリコール400」と補正します。
- 2) 第6頁第2行の「あるいは」の前に「テトラヒドロフルフリールアクリレートなどの単官能アクリレート系の紫外線硬化型樹脂」を加入します。
- 3) 第6頁第13行の「1~10」を「0.5~10」と補正します。
- 4) 第14頁第1行の「9-エチレングリコール」を「ポリエチレングリコール400」と補正します。
- 5) 第14頁第7行の「10m」を「10cm」と補正します。
- 6) 第15頁第9~10行の「9-エチレングリコール」を「ポリエチレングリコール400」と補正します。

以 上

**DERWENT-ACC-NO:** 1987-047502**DERWENT-WEEK:** 198707*COPYRIGHT 2009 DERWENT INFORMATION LTD*

**TITLE:** Optical information recording medium includes bonding concentrically with urethane! acrylate! adhesive a pair of discs at least one of which carries recording layer

**INVENTOR:** SATO T; UEDA Y ; UMEHARA M ; YAMAMURO S**PATENT-ASSIGNEE:** RICOH KK[RICO]**PRIORITY-DATA:** 1985JP-144542 (July 3, 1985)**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 62006449 A	January 13, 1987	JA

**APPLICATION-DATA:**

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 62006449A	N/A	1985JP-144542	July 3, 1985

**INT-CL-CURRENT:**

TYPE	IPC DATE
CIPP	G11B7/26 20060101
CIPS	C09J5/00 20060101
CIPS	C09J5/02 20060101

**ABSTRACTED-PUB-NO:** JP 62006449 A**BASIC-ABSTRACT:**

In the prodn. of optical information recording medium, pair of disc-like substrates, at least one of which is provided on one side with a recording layer, are arranged concentrically, and joined to each other by an adhesive in a sealing manner through an inner spacer and an outer spacer with the recording layer applied surface inside. The adherend surface of the spacer



is roughened and then surface-treated by ultrasonic cleaning using a good solvent for high polymer cpds. An adhesive contg. urethane acrylate type UV-curable resin is used for joining.

USE/ADVANTAGE - Method provides a sealed disc information recording medium for optically recording and reproducing information. The effect on the recording material by sealing adhesive is reduced, adhesion is increased and durability of adhesion enhanced.

**TITLE-TERMS:** OPTICAL INFORMATION RECORD MEDIUM BOND CONCENTRIC  
POLYURETHANE POLYACRYLATE ADHESIVE PAIR DISC ONE CARRY LAYER

**DERWENT-CLASS:** A81 A89 G03 G06 T03 W04

**CPI-CODES:** A10-E01; A11-C01C; A11-C02B; A12-A05F; A12-L03C; G03-B03; G06-D07; G06-E;

**EPI-CODES:** T03-B01A; T03-N01;

**POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:**

**Key Serials:** 0231 1294 2014 2016 2020 2021 2022 2194 2198 2488 2493  
2682 2841 2851 3252 3258

**Multipunch Codes:** 04- 150 231 250 31- 353 359 446 473 50& 54& 58- 597 600  
609 634 649 651 723 724

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers:** 1987-020065

**Non-CPI Secondary Accession Numbers:** 1987-036063